

AI
①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑩ DE 33 17 513 C 2

⑤1 Int. Cl.⁵:
G 01 N 25/18

⑳ Aktenzeichen: P 33 17 513.6-52
㉑ Anmeldetag: 13. 5. 83
㉒ Offenlegungstag: 15. 11. 84
㉓ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 16. 5. 91

DE 33 17 513 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉔ Patentinhaber:
Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, 7500
Karlsruhe, DE

㉕ Erfinder:
Rapp, Wilhelm, 7514 Eggenstein-Leopoldshafen, DE

㉖ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-OS 23 31 280
DE-OS 21 59 783
US 42 32 543

Achtung!
Einspruchsfrist
endet am 16. 8. 1991

㉗ Vorrichtung zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit eines festen Werkstoffes

DE 33 17 513 C 2

K

1.7.91 647

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit eines festen Werkstoffes nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

Es ist bekannt (Zeitschrift: High Temperatures-High Pressures, 1979, Volume 11, Seiten 43 bis 58, insbesondere Fig. 1 und 4) zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit eines festen Werkstoffes einer Probe vorbestimmter Dicke durch einen Laserblitz einen Wärmeimpuls zuzuführen und auf der von dem Laser abgewandten Seite der Probe den durch den Laserblitz bewirkten Temperaturanstieg mit einem Thermoelement zu messen und aus dem zeitlichen Verlauf des Temperaturanstieges die Wärmeleitfähigkeit zu ermitteln.

In der DE-OS 23 31 280 ist ein Wärmeleitfähigkeitsmeßgerät beschrieben, bei dem in einem Ofen bei beliebig konstanter Temperatur in der temperaturkonstanten Zone auf einen scheibenförmigen Prüfkörper punktförmig in der Mitte eine zusätzliche Wärme über dort auftreffendes Laserlicht erzeugt wird und die Temperatur und Temperaturverteilung auf der Rückseite mit Thermoelementen gemessen wird. Daraus wird dann die Wärmeleitfähigkeit des Prüfkörperwerkstoffes errechnet.

In der US-PS 42 32 543 wird ein Wärmeleitfähigkeitsmeßgerät vorgestellt, das zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Flüssigkeiten eingesetzt werden kann. Hierzu wird eine Metallscheibe durch Laserlicht erwärmt und die Erwärmung dort über Thermoelemente gemessen, welche die Scheibe gleichzeitig fixieren. Zwischen der Scheibe und einem Halteblock befindet sich ein schmaler Spalt, der säulenförmig mit der auszumessenden Flüssigkeit ausgefüllt ist. Die Metallscheibe und die Testflüssigkeit befinden sich in einer thermostatisierten Umgebung, die teilweise mit Testflüssigkeitsdampf gefüllt ist.

In einer Reihe von Anwendungsfällen, insbesondere bei hohen Temperaturen und bei Werkstoffen, die eine Schweißverbindung mit dem Thermoelement nur unter erschwerten Bedingungen zulassen oder ganz ausschließen, können Meßeinrichtungen mit Thermoelementen nicht eingesetzt werden.

Die DE-OS 21 59 783 zeigt ein Gerät zur berührungslosen Messung der thermischen Leitfähigkeit einer Probe unter beliebiger Atmosphäre. Die Probe hat zwei zueinander parallele Flächen, die jeweils von einem Laserstrahl bestrahlt werden, wobei der eine im Dauerstrich und der andere vorgebar leistungsmoduliert strahlt. Die Temperaturänderung aufgrund des leistungsmodulierten Laserlichts wird mit zwei Photodiodenanordnungen gemessen, die jeweils eine Seite der Probe detektieren. Die Absoluttemperatur wird über ein Pyrometer auf der leistungsmoduliert bestrahlten Probenfläche gemessen.

Eine weitere, berührungslose Meßmethode mit einem Teilstrahlungs-pyrometer ist aus dem dtv-Lexikon der Physik, Band 7, 1971, Seiten 176 und 177 zu entnehmen.

Die Anwendung eines Pyrometers ist jedoch bei den bekannten Vorrichtungen zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit auf einen Teilstrahlungsbereich begrenzt, der weit außerhalb der Wellenlänge von 1064 nm der Strahlung des Laserblitzes und der für die Auslösung des Laserblitzes erforderlichen Zündlampe liegt, deren Strahlung einen Wellenlängenbereich von etwa 200 nm bis 1300 nm einschließt.

Die als Streustrahlung von dem Pyrometer erfaßten Anteile der Strahlung der Zündlampe und des Lasers

sind um Zehnerpotenzen größer als die von der Probe ausgehende Strahlung, deren zeitliche Änderung als Strahlungsdifferenz den Temperaturanstieg abbildet, so daß Teilstrahlungs-pyrometer mit Wellenlängen weit unterhalb von 1064 nm eingesetzt werden müssen. Dies hat zur Folge, daß sinnvolle Messungen erst ab etwa 1000°C ausgeführt werden können. Unterhalb dieses Wertes ist die Intensität der Wärmestrahlung unzureichend klein.

Die größtmögliche Strahlungsenergiedifferenz pro Grad Celsius ergibt sich aus der Gesamtstrahlung eines Temperaturstrahlers. Jeder der bekannten Detektoren weist jedoch nur eine endliche optische Bandbreite auf, so daß er nur einen Teilbereich des gesamten Strahlungsspektrums erfassen kann.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die bekannten Vorrichtungen zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit in der Weise weiterzuentwickeln, daß in einem umfassenden Bereich des Gesamtspektrums, in dem die größten Strahlungsänderungen pro Wellenlängenintervall auftreten, Temperaturänderungen der Probe mit hoher Temperaturauflösung meßbar sind.

Diese Aufgabe wird bei einer Vorrichtung zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit eines festen Werkstoffes nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 durch die in dessen Kennzeichen genannten Merkmalen gelöst.

Die mit der vorgeschlagenen Vorrichtung erzielten Vorteile bestehen insbesondere darin, daß Wärmeleitfähigkeitsmessungen in einem Temperaturbereich von 20°C bis 3000°C ausgeführt werden können, daß nach einer Totzeit von ca. 3 ms schnellste, z. B. bei dünnen Proben auftretende Temperaturanstiege meßbar sind, da das Meßsignal frei ist von Überlagerungen langsam abklingender Strahlungsanteile des Lasers, daß die Differenztemperaturmessungen immer im optimalen Empfindlichkeitsbereich des Detektors erfolgen, und daß aufwendige Abschirmeinrichtungen des Pyrometers gegen an der Werkstoffprobe entstehendes Streulicht des Lasers nicht erforderlich sind.

Ein Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit nach den Ansprüchen 1 bis 7 ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben. Es zeigen

Fig. 1 eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung

Fig. 2 ein Blockschaltbild der Meßwertverarbeitung,

Fig. 3 ein Blockschaltbild der Ablaufsteuerung,

Fig. 4 ein Diagramm der relativen Detektivität einiger Detektoren für Wärmestrahlung,

Fig. 5 ein Diagramm der spektralen Transmission einiger Fensterwerkstoffe,

Fig. 6 ein Diagramm der Einsatzbereiche einiger mit optischen Fenstern kombinierter Detektoren,

Fig. 7 die Durchlaßkurven der Kameraverschlüsse und ein Diagramm des zeitlichen Verlaufes der Laserenergie,

Fig. 8 ein Diagramm des Temperatursignales der Probe.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist in Fig. 1 schematisch dargestellt. Eine Probe 1 vorbestimmter Dicke des zu untersuchenden Werkstoffes ist in einem Vakuumgefäß 2 angeordnet und mit einem in seiner Temperatur regelbaren elektrischen Ofen 3 auf eine frei wählbare Temperatur einstellbar. Auf der einen Seite der Probe 1 ist ein Laser 4 so angeordnet, daß die Strahlachse 5 die scheibenförmige Probe 1 in deren Zentrum und vertikal zu deren Fläche durchdringt.

Auf der von dem Laser 4 abgewandten Seite der Pro-

be 1 ist ein Differenztemperaturpyrometer 6 angeordnet, mit dem ein durch einen Laserblitz bewirkter Temperaturanstieg der Oberfläche der Probe 1 berührungsfrei meßbar ist.

Zwischen dem Laser 4 und der Probe 1 ist in der Strahlachse 5 ein die Einwirkung der Laserstrahlung auf die Probe 1 zeitlich begrenzender erster Kameraverschluß 7 und zwischen der Probe 1 und dem Differenztemperaturpyrometer 6 ist in der Strahlachse 5 ein die Meßdauer eines die von der Probe emittierte Wärmestrahlung messenden Detektors 8, 9, 10 des Differenztemperaturpyrometers 6 zeitlich begrenzender zu dem ersten Kameraverschluß 7 inverser zweiter Kameraverschluß 11 angeordnet.

Das Differenzpyrometer 6 weist mehrere einzeln zuschaltbare Detektoren auf, die für jeweils einen von mehreren unterschiedlichen, sich überschneidenden Teilstrahlungsbereichen hinsichtlich ihrer Temperaturauflösung optimiert sind und gemeinsam einen vorbestimmten weiten Spektralbereich des Gesamtspektrums erfassen.

Zu diesem Zweck ist ein in einer horizontalen Ebene geführter Schlitten 12 quer zu der Strahlachse 5 verschiebbar und in drei Positionen arretierbar angeordnet. Ein erster Spiegel 13 ist im Zentrum des Schlittens 12 um eine horizontale in der Ebene des Schlittens 12 liegende und gegen die Strahlachse 5 um 90° gedrehte Achse 16 schwenkbar mit dem Schlitten 12 verbunden. Der in einer Mittelstellung des Schlittens 12 nach unten geklappte erste Spiegel 13 gibt den in der Strahlachse 5 angeordneten ersten Detektor 8 frei. Der in eine 45°-Stellung geklappte erste Spiegel 13 projiziert das Bild der Probe 1 auf einen oberhalb des ersten Spiegels 13 über dem Schlitten 12 angeordnete Mattscheibe. Der Schlitten 12 trägt einen zweiten und dritten auf dem Schlitten 12 vertikal stehenden Spiegel 14, 15, deren Spiegelebene gegen die Strahlachse 5 jeweils um einen vorbestimmten Winkel α geneigt ist.

Der in die Strahlachse 5 gestellte zweite Spiegel 14 projiziert das Bild der Probe 1 auf den zweiten Detektor 9, oder der entsprechend eingestellte dritte Spiegel 15 auf den dritten Detektor 10.

Der erste Detektor 8 ist ein mit Stickstoff gekühlter In Sb-Detektor, der zweite Detektor 9 ein Ge-Detektor und der dritte Detektor 10 ein Si-Detektor. Jedem der Detektoren 8, 9, 10 ist ein austauschbares optisches Fenster vorschaltbar, das als Kurzpaßfilter 17 langwellige Anteile der Strahlung eliminiert und den Detektor 8, 9, 10 gegen Übersteuerung schützt. Prinzipiell können zur Vermeidung einer Übersteuerung eines Detektors immer kurzwelligere Kurzpaßfilter eingesetzt werden, um bei steigenden Temperaturen eine optimale Temperaturempfindlichkeit sicherzustellen. Das Kurzpaßfilter 17 kann z. B. in der Strahlachse 5 zwischen dem zweiten Kameraverschluß 11 und dem an dieser Seite des Vakuumgefäßes 2 angeordneten aus CaF₂ bestehenden Strahlaustrittsfenster 18 angeordnet sein.

In der Strahlachse 5 ist ferner in der dem Laser 4 zugewandten Wand des Vakuumgefäßes 2 ein Strahleneintrittsfenster 19 aus Quarzglas und zwischen dem Schlitten 12 und dem zweiten Kameraverschluß 11 eine aus CaF₂ bestehende Sammellinse 20 angeordnet.

Mit einem durch den Schlitten 12 betätigbaren Umschalter 21 ist jeweils einer der Detektoren 8, 9, 10 auf eine elektronische Meßwertverarbeitung schaltbar, die im wesentlichen aus einem driftkompensierten Vorverstärker 22, einem driftkompensierten Hauptverstärker 23 und einer Ablaufsteuerung 24 besteht. Die Ablauf-

steuerung 24 erzeugt zum Ausschließen von Störungen des Meßsignales durch Einschwingvorgänge zu mit der Auslösung des Laserblitzes synchronisierten Zeitpunkten und während der Zeit der Einwirkung des Laserblitzes auf die Probe 1 Steuersignale vorbestimmter Verzögerung und Dauer, die jeweils einen im Rückführungs-kreis des Vorverstärkers 22 und des Hauptverstärkers 23 angeordneten zweiten und vierten Schalter S2, S4, sowie einen zwischen dem Vorverstärker 22 und dem Hauptverstärker 23 liegenden dritten Schalter S3 öffnen und einen den Eingang und den Ausgang des Vorverstärkers 22 verbindenden ersten Schalter S1 schließen und ferner den ersten Kameraverschluß 7 öffnen und den zweiten Kameraverschluß 11 schließen.

Der Ablaufsteuerung 24 ist ein Steuerungsadapter 25 vorgeschaltet, der die Laser fire-Leitung unterbricht. Der Ausgang eines Rechners 26 ist über einen Optokoppler und den Steuerungsadapter 25 auf die Ablaufsteuerung 24 geschaltet. Der erste Kameraverschluß 7 weist einen x-Kontakt 27 auf, über den mit einem Reedrelais der Laserblitz ausgelöst wird.

Jeder der Rückkopplungszweige des Vorverstärkers 22 und des Hauptverstärkers 23 weist eine Regelschaltung auf, die dem jeweiligen Eingang einen vorbestimmten Regelstrom zuführt. Dieser Regelstrom entspricht im Vorverstärker 22 der Summe aus dem Detektorstrom und dem momentanen Driftstrom des Detektors, der mit einem endlichen dI/dt driftet. Im Hauptverstärker 23 entspricht der Regelstrom der Summe aus dem Offsetstrom des Hauptverstärkers 23 und dem Driftstrom des Detektors. Die Regelschaltung besteht aus einem Komparator 32, 33, der Abweichungen der Spannung am Ausgang 30, 31 von dem Null-Volt-Pegel detektiert und dessen Ausgang über den als Feldeffekttransistor ausgebildeten zweiten Schalter S2 bzw. vierten Schalter S4 auf ein RC-Integrationsglied 34, 35 schaltbar ist, dessen Kondensator am nichtinvertierenden Eingang eines Speichergliedes 36, 37 angeschlossen ist, dessen Ausgang wiederum auf einen Integrator 38, 39 geschaltet ist.

Ist der Feldeffekttransistor leitend, also die Schalter S2 bzw. S4 geschlossen, so wird durch das RC-Integrationsglied 34, 35 ein Mittelwert der Abweichung der Spannung am Ausgang 30, 31 des Vorverstärkers 22 bzw. des Hauptverstärkers 23 von Null Volt eingestellt. Die dabei am Kondensator liegende Spannung ist ein Maß für die mittlere Drift der Spannung am Ausgang 30, 31 ohne Regelung. Die Drift verursacht genau den Stromfluß in den nachgeschalteten Integrator 38, 39, der zur Kompensation der am Ausgang 30, 31 ermittelten Drift der Spannung am Eingang erforderlich ist.

Beim Öffnen des Schalters S2, S4 bleibt die dann am Kondensator vorliegende momentane Spannung erhalten. Die Kompensationsspannung am Eingang des Verstärkers 22, 23 wächst linear in vorbestimmtem Maße bis die Schalter S2, S4 wieder geschlossen werden.

Im geöffneten Zustand des Schalters S2, S4 wird das Temperaturdifferenzsignal der Probe 1 nach beendetem Einwirken des Laserblitzes gemessen. Der Hauptverstärker 23 weist zum Einstellen der Integrationszeitkonstanten mehrere einzeln zuschaltbare Kondensatoren 40 auf.

Die Verstärkung des Hauptverstärkers 23 ist mit einem Potentiometer 41 einstellbar.

Während des Umschaltens der Detektoren 8, 9, 10 mit dem Umschalter 21 und während der Verschlußzeit wird zur Vermeidung langer Erholzeiten der Schalter S1 geschlossen, der den Ausgang 30 des Vorverstärkers 22

direkt mit dessen Eingang verbindet.

In Fig. 3 ist das Blockschaltbild der Ablaufsteuerung 24 dargestellt, mit der die Schalter S1 bis S4 und die Kameraverschlüsse 7 und 11 gesteuert werden. Die Funktion des Differenztemperaturpyrometers 6 ist mit dem von dem Laser 4 erzeugten Laserblitz über den Steuerungsadapter 25 synchronisiert. Sobald der Rechner 26 die Meßbereitschaft anzeigt, werden über eine Treiberstufe 45 die eine Ansprechverzögerung von jeweils 2,5 ms aufweisenden Auslöser 46, 47 der Kamera- 10 verschlüsse 7 und 11 gleichzeitig betätigt.

Gleichzeitig werden auch drei monostabile Verzögerungsglieder 48, 49, 50 gestartet. Das erste Verzögerungsglied 48 startet mit einer Zeitverzögerung von 1 ms eine erste monostabile Kippstufe 51, welche die Schalter S2 und S4 für 10 s öffnet und dadurch die Regelschaltungen des Vorverstärkers 22 und des Hauptverstärkers 23 auf dem vor Öffnung bestehenden Zustand hält. Das zweite Verzögerungsglied 49 startet mit einer Zeitverzögerung von 1,5 ms eine zweite monostabile Kippstufe 52, welche den Schalter S3 für 6 ms öffnet und während dieser Zeit den Vorverstärker 22 von dem Hauptverstärker 23 trennt. Das dritte Verzögerungsglied 50 startet mit einer Zeitverzögerung von 2 ms eine dritte monostabile Kippstufe 53, welche den Schalter S1 für 5 ms schließt, der die Gegenkopplung des Vorverstärkers 22 während dieser Zeit kurzschließt.

Nach der Aufhebung der Neutralisation des Hauptverstärkers durch Wiederschließen des Schalters S3 beginnt etwa 3 ms nach Beginn der Einwirkung des Laserblitzes auf die Probe 1 die eigentliche Differenztemperaturmessung.

Die größtmögliche Strahlungsenergiedifferenz je Grad Celsius ergibt sich aus der Gesamtstrahlung eines Temperaturstrahlers. Die bekannten Detektoren weisen jedoch eine endliche optische Bandbreite auf und erfassen jeweils nur einen Teilbereich des gesamten Strahlungsspektrums. Für eine optimale Temperaturauflösung ist also ein möglichst großer Spektralbereich des Gesamtspektrums zu erfassen, der die größten Strahlungsänderungen je Wellenlängenintervallen aufweist, ohne dabei die Detektoren zu übersteuern.

Der Temperaturverlauf an der Oberfläche einer Probe 1 im Bereich von T1 bis T2 ist innerhalb einer vorbestimmten Zeit mit einer optimalen Temperaturauflösung über die Temperaturstrahlung zu erfassen mit mehreren Strahlungsdetektoren, deren Teilstrahlungsbereiche vom UV-Bereich bis in den IR-Bereich reichen.

Fig. 4 zeigt das Diagramm der relativen Detektivität einiger Detektoren, die einen Bereich von 20°C bis 3000°C erfassen. Die Kurve 60 betrifft den ersten Detektor 8, einen In Sb-Detektor, die Kurve 61 den zweiten Detektor 9, einen Ge-Detektor und die Kurve 62 den dritten Detektor 10, einen Si-Detektor.

Fig. 5 zeigt die spektrale Transmission einiger als Kurzpaßfilter geeigneter Fensterwerkstoffe in Abhängigkeit von der Wellenlänge.

Die Kombination der Detektoren mit geeigneten Fensterwerkstoffen ist in Fig. 6 dargestellt. Ab Raumtemperatur wird der mit Stickstoff gefüllte In Sb-Detektor mit Saphierfenster eingesetzt. Mit steigender Temperatur kann Quarzglas als Kurzpaßfilter gegen das Übersteuern des Detektors verwendet werden. Bei noch höheren Temperaturen von 600°C bis 800°C ist der Ge-Detektor mit Quarzfenster im optimalen Spektralbereich. Für Temperaturen um 1200°C ist CaCO₃-Glas geeignet, den längerwelligen Anteil der Wärmestrahlung zurückzunehmen. Für den oberen Tempe-

raturbereich ab etwa 1200°C kann der Si-Detektor eingesetzt werden. Ab etwa 2200°C verhindert ein Farbglas die Überlastung des Si-Detektors.

Das von der Ablaufsteuerung 24 erzeugte Signal bewirkt nach einer Verzögerung von 2,5 ms das Öffnen des ersten Kameraverschlusses 7, der mit seinem x-Kontakt 27 mit einer weiteren Verzögerung von ca. 1,5 ms über ein Reedrelais den Laserblitz auslöst, der die Probe 1 aufheizt. Der Laser 4 hat eine Leistung von maximal 60 Watt bei einer Wellenlänge von 1064 nm und einer Blitzdauer von 800 Mikrosekunden. Die Zündung erfolgt über eine Xenon-Blitzlampe, deren Spektrum vom UV- bis in den nahen IR-Bereich reicht.

Gleichzeitig zum Zeitpunkt der Öffnung des ersten Kameraverschlusses 7 wird der zu diesem inverse zweite Kameraverschluß 11 geschlossen, damit während der etwa 2 Millisekunden dauernden Öffnung des ersten Kameraverschlusses 7 Laserstreulicht auf keinen Fall das Differenztemperaturpyrometer 6 erreichen kann. Der zweite Kameraverschluß 11 öffnet erst dann wieder, wenn der erste Kameraverschluß 7 schließt.

In Fig. 7 sind die Transmissionskurven 70, 71 des ersten Kameraverschlusses 7 und des zweiten Kameraverschlusses 11 als Funktion der Zeit dargestellt, wobei der Verlauf in der Abszissenebene den geschlossenen Zustand und der oberhalb der Abszisse den geöffneten Zustand des Kameraverschlusses kennzeichnet. Die Parallele zur Ordinate markiert den Beginn 72 des Laserblitzes, die Kurve 73 den zeitlichen Verlauf der Energie des Laserblitzes.

Die Probe 1 definierter Geometrie strahlt an ihrer dem Differenztemperaturpyrometer 6 zugewandten Seite Wärmeenergie ab. Das Temperatursignal 80 der Probenoberfläche, das nach dem Wiederöffnen des zweiten Kameraverschlusses 11 etwa 8 ms nach dem Auslösesignal der Ablaufsteuerung 24 meßbar ist, zeigt Fig. 8.

Bezugszeichenliste

Fig. 1

- 1 Probe
- 2 Vakuumgefäß
- 3' Ofen
- 4 Laser
- 5 Strahlachse
- 6 Differenztemperaturpyrometer
- 7 1. Kameraverschluß zwischen 1 und 4
- 8 1. Detektor in 6 (In Sb)
- 9 2. Detektor in 6 (Ge)
- 10 3. Detektor in 6 (Si)
- 11 2. Kameraverschluß
- 12 Schlitten
- 13 1. Spiegel auf 12
- 14 2. Spiegel auf 12
- α Winkel zwischen 5 u. 13, 14
- 15 3. Spiegel auf 12
- 16 Achse von 13
- 17 Kurzpaßfilter
- 18 Strahlenaustrittsfenster in 2
- 19 Strahleneintrittsfenster in 2
- 20 Sammellinse
- 21 Umschalter für 8, 9, 10
- 22 Vorverstärker
- 23 Hauptverstärker
- 24 Ablaufsteuerung
- 25 Steuerungsadapter
- 26 Rechner

- 27 x-Kontakt an 7
 S1 1. Schalter in 22
 S2 2. Schalter in 22
 S3 3. Schalter zwischen 22, 23
 S4 4. Schalter in 23

Fig. 2

- 30 Ausgang von 22
 31 Ausgang von 23
 32 Komparator in 22
 33 Komparator in 23
 34 RC-Integrationsglied in 22
 35 RC-Integrationsglied in 23
 36 Speicherglied in 22
 37 Speicherglied in 23
 38 Integrator in 22
 39 Integrator in 23
 40 Kondensatoren in 23
 41 Potentiometer in 23

Fig. 3

- 45 Treiberstufe
 46 Auslöser für 7
 47 Auslöser für 11
 48 1. Verzögerungsglied
 49 2. Verzögerungsglied
 50 3. Verzögerungsglied
 51 1. monostabile Kippstufe
 52 2. monostabile Kippstufe
 53 3. monostabile Kippstufe

Fig. 4

- 60 Detektivität eines In Sb-Detektors
 61 Detektivität eines Ge-Detektors
 62 Detektivität eines Si-Detektors

Fig. 7

- 70 Transmissionskurve von 7
 71 Transmissionskurve von 11
 72 Beginn des Laserblitzes
 73 Energie des Laserblitzes

Fig. 8

- 80 Temperatursignal von 1

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Bestimmen der Wärmeleitfähigkeit eines festen Werkstoffes; wobei eine Probe (1) davon in einem von einem Vakuumgefäß (2) umgebenen, in seiner Temperatur regelbaren elektrischen Ofen (3) derart aufgehängt ist, daß diese über ein Fenster (19) in dem Vakuumgefäß (2) von einem außerhalb aufgestellten Laser (4) auf einer Seite, der Vorderseite, bestrahlt werden kann und die davon herrührende Erwärmung auf der Rückseite der Probe (1) detektiert wird, in dem eine Meßvorrichtung den Temperaturanstieg auf der Probenrückseite in Abhängigkeit der Laserlichteinwirkung auf der Probenvorderseite aufzeichnet, **gekennzeichnet durch folgende Merkmale,**

- a) die Temperaturmeßeinrichtung ist ein Differenztemperaturpyrometer (6),
 b) zwischen dem Laser (4) und der Probe (1) ist in der Strahlachse (5) ein die Einwirkung der Laserstrahlung und der von der Laserzündlampe ausgehenden Strahlung auf die Probe (1) zeitlich begrenzender erster Kameravers-

schluß (7) und zwischen der Probe (1) und dem Differenztemperaturpyrometer (6) ist in der Strahlachse (5) ein die Meßdauer eines die von der Probe emittierte Wärmestrahlung messenden Detektors (8, 9, 10) des Differenztemperaturpyrometers (6) zeitlich begrenzender zu dem ersten Kameraverschluß (7) inverser zweiter Kameraverschluß (11) angeordnet,
 c) das Differenztemperaturpyrometer (6) weist mehrere für jeweils einen von mehreren unterschiedlichen Teilstrahlungsbereichen hinsichtlich ihrer Temporauflösung optimierte Detektoren (8, 9, 10) auf, die gemeinsam einen vorbestimmten weiten Spektralbereich des Gesamtspektrums erfassen und einzeln zuschaltbar sind,

d) es ist eine elektronische Meßwertverarbeitung vorgesehen, die im wesentlichen aus einem driftkompensierten Vorverstärker (22), einem driftkompensierten Hauptverstärker (23) und einer Ablaufsteuerung (24) besteht, die zum Ausschließen von Störungen des Meßsignals durch Einschwingvorgänge zu mit der Auslösung des Laserblitzes synchronisierten Zeitpunkten und während der Zeit der Einwirkung des Laserblitzes auf die Probe (1)

α) jeweils einen im Rückführungskreis des Vorverstärkers (22) und des Hauptverstärkers (23) angeordneten zweiten Schalter (S2) und vierten Schalter (S4) öffnet,

β) einen zwischen dem Vorverstärker (22) und dem Hauptverstärker (23) liegenden dritten Schalter (S3) öffnet,

γ) einen Eingang und Ausgang des Vorverstärkers (22) verbindenden ersten Schalter (S1) schließt und

δ) ein den ersten Kameraverschluß (7) öffnendes und den zweiten Kameraverschluß (11) schließendes Auslösesignal erzeugt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der zwischen dem Laser (4) und der Probe (1) angeordnete erste Kameraverschluß (7) einen den Laserblitz auslösenden x-Kontakt (27) aufweist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Differenztemperaturpyrometer (6) wechselweise ein erster bis dritter Detektor (8, 9, 10) in den Strahlengang schaltbar ist, daß der erste Detektor (8) ein mit Stickstoff gekühlter In Sb-Detektor, der zweite Detektor (9) ein Ge-Detektor und der dritte Detektor (10) ein Si-Detektor ist, und daß jedem der Detektoren (8, 9, 10) ein seiner spektralen Empfindlichkeit entsprechendes optisches Fenster als Kurzpaßfilter (17) vorgeschaltet ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß für den Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 600°C der erste Detektor (8) mit einem optischen Fenster aus Saphirglas, von 600° bis 800°C der zweite Detektor (9) mit Quarzglas, von 800° bis 1200°C der zweite Detektor (9) mit CaCO₃-Glas, von 1200° bis 2200°C der dritte Detektor (10) mit einem Quarz-Glas und ab 2200°C der dritte Detektor (10) mit einem Farb-Glas als optisches Fenster verwendet wird.

5. Vorrichtung nach Anspruch 3, gekennzeichnet durch folgende Merkmale,

- a) ein horizontal geführter Schlitten (12) ist

quer zur Strahlachse (5) verschiebbar und in drei jeweils einem ersten bis dritten Spiegel (13, 14, 15) zugeordneten Positionen arretierbar angeordnet,

b) ein erster Spiegel (13) ist um eine horizontale und gegen die Strahlachse (5) um 90° gedrehte Achse (16) schwenkbar mit dem Schlitten (12) verbunden,

c) der in einer Mittelstellung des Schlittens (12) nach unten geklappte erste Spiegel (13) gibt den in der Strahlachse (5) angeordneten ersten Detektor (8) frei, der in eine 45° -Stellung geklappte erste Spiegel (13) projiziert das Bild der Probe (1) auf eine oberhalb des ersten Spiegels (13) über dem Schlitten (12) angeordnete Mattscheibe,

d) der Schlitten (12) trägt einen zweiten und einen dritten vertikal stehenden Spiegel (14, 15), deren Spiegelebene gegen die Strahlachse (5) um einen vorbestimmten Winkel (α) geneigt ist,

e) der in die Strahlachse (5) gestellte zweite Spiegel (14) projiziert das Bild der Probe (1) auf den zweiten Detektor (9), der entsprechend eingestellte dritte Spiegel (15) auf den dritten Detektor (10).

6. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in jeden der Rückkopplungszweige des driftkompensierten Vorverstärkers (22) und des driftkompensierten Hauptverstärkers (23) ein die Abweichung der Spannung am Ausgang (30, 31) des Vorverstärkers (22) bzw. des Hauptverstärkers (23) von einem Nullspannungsspiegel messender Komparator (32, 33) geschaltet ist, dessen Ausgang über den als Feldeffekttransistor ausgebildeten Schalter (S2, S4) auf ein RC-Integrationsglied (34, 35) schaltbar ist, dessen Kondensator an den nichtinvertierenden Eingang eines Speichergliedes (36, 37) angeschlossen ist, dessen Ausgang auf einen Integrator (38, 39) geschaltet ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ablaufsteuerung (24) eine den ersten und den zweiten Kameraverschluß (7, 11) ansteuernde Treiberstufe (45) aufweist, daß eine das Steuersignal des Rechners (26) unterschiedlich verzögerndes erstes, zweites und drittes Verzögerungsglied (48, 49, 50) vorgesehen ist, und daß jedem der Verzögerungsglieder (48, 49, 50) jeweils eine die Schalter (S1 bis S4) bestätigende erste, zweite oder dritte monostabile Kippstufe (51, 52, 53) unterschiedlicher Rückschaltzeit nachgeschaltet ist.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65

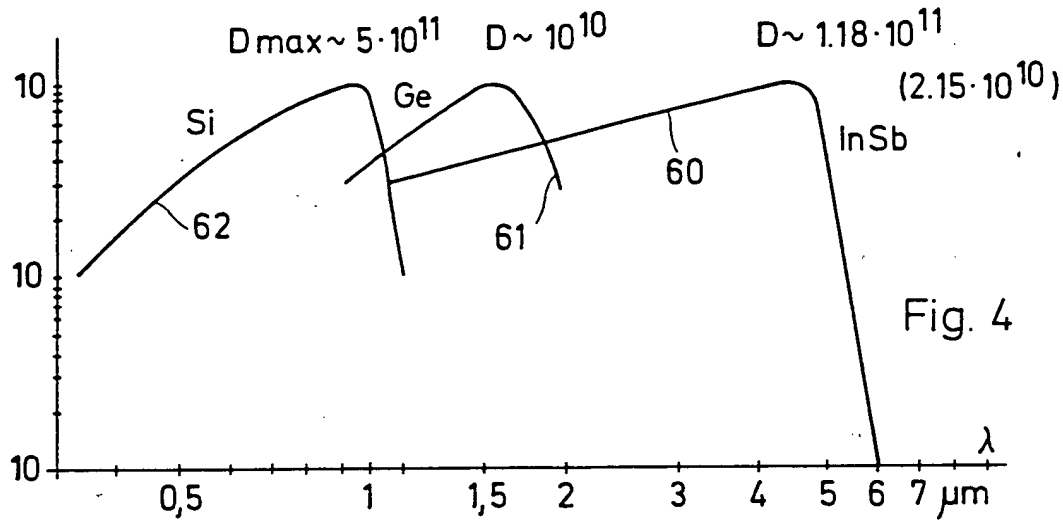


Fig. 5

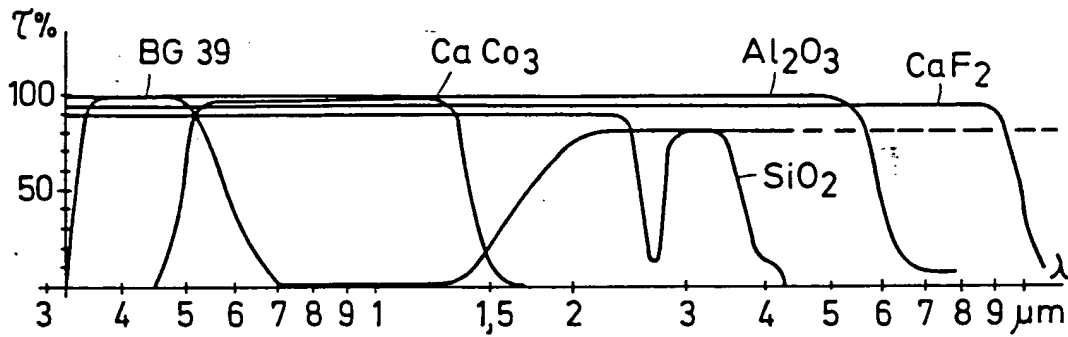
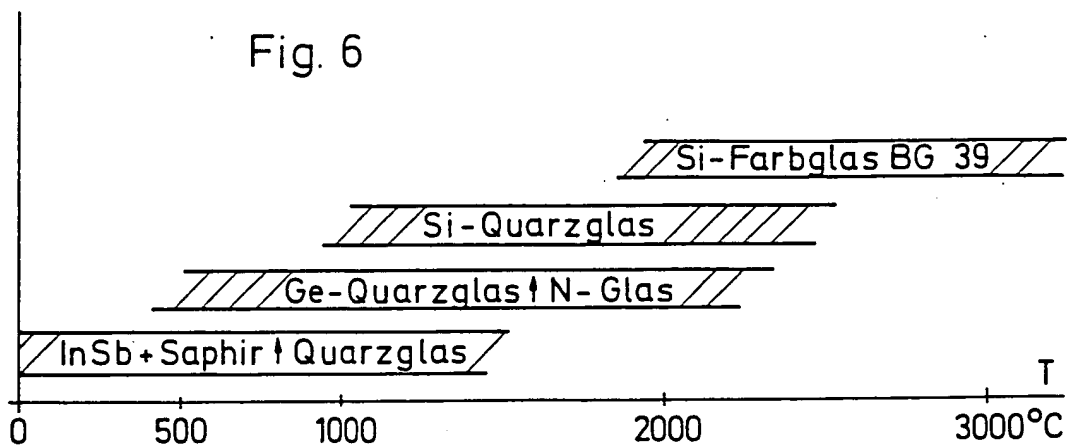


Fig. 6



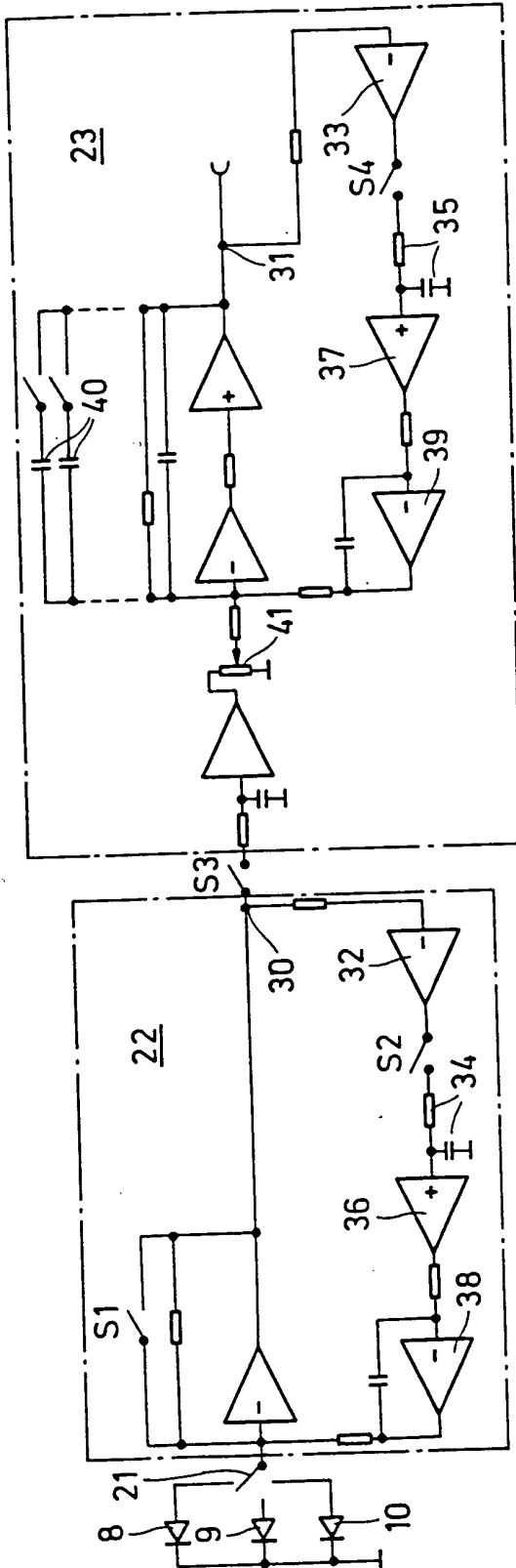


Fig. 2

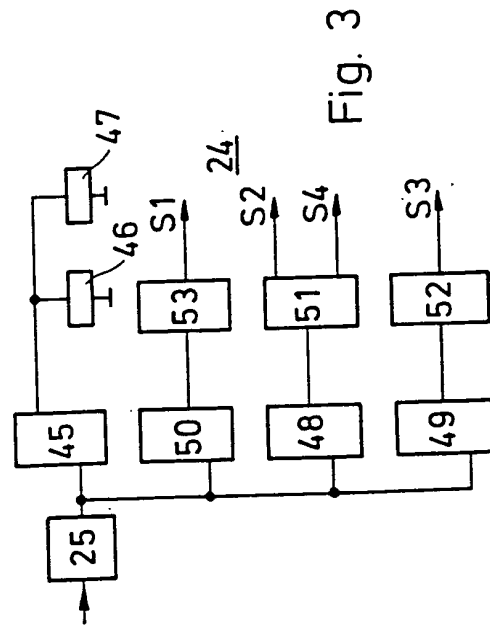


Fig. 3

Fig. 7

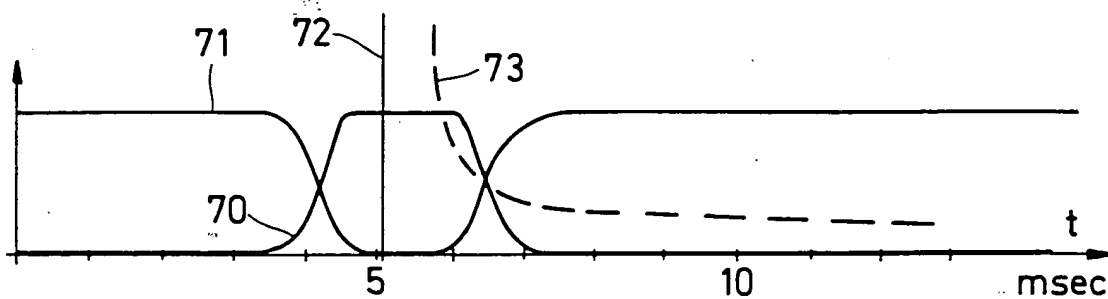
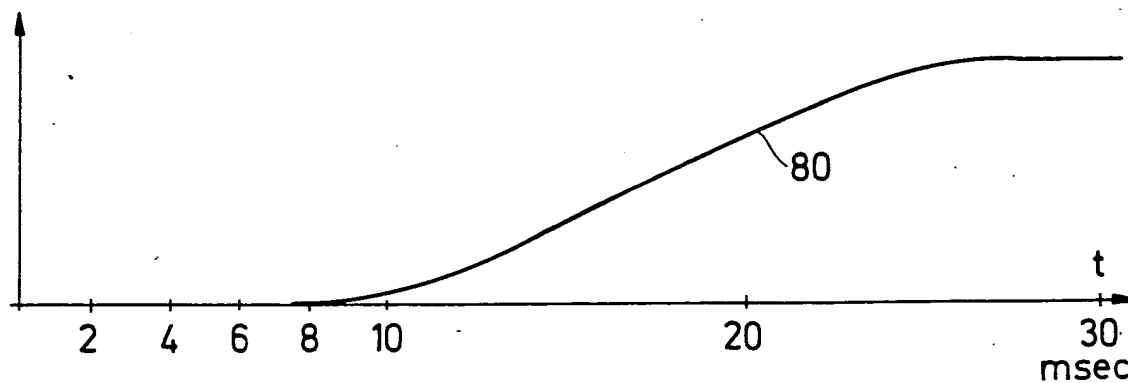


Fig. 8



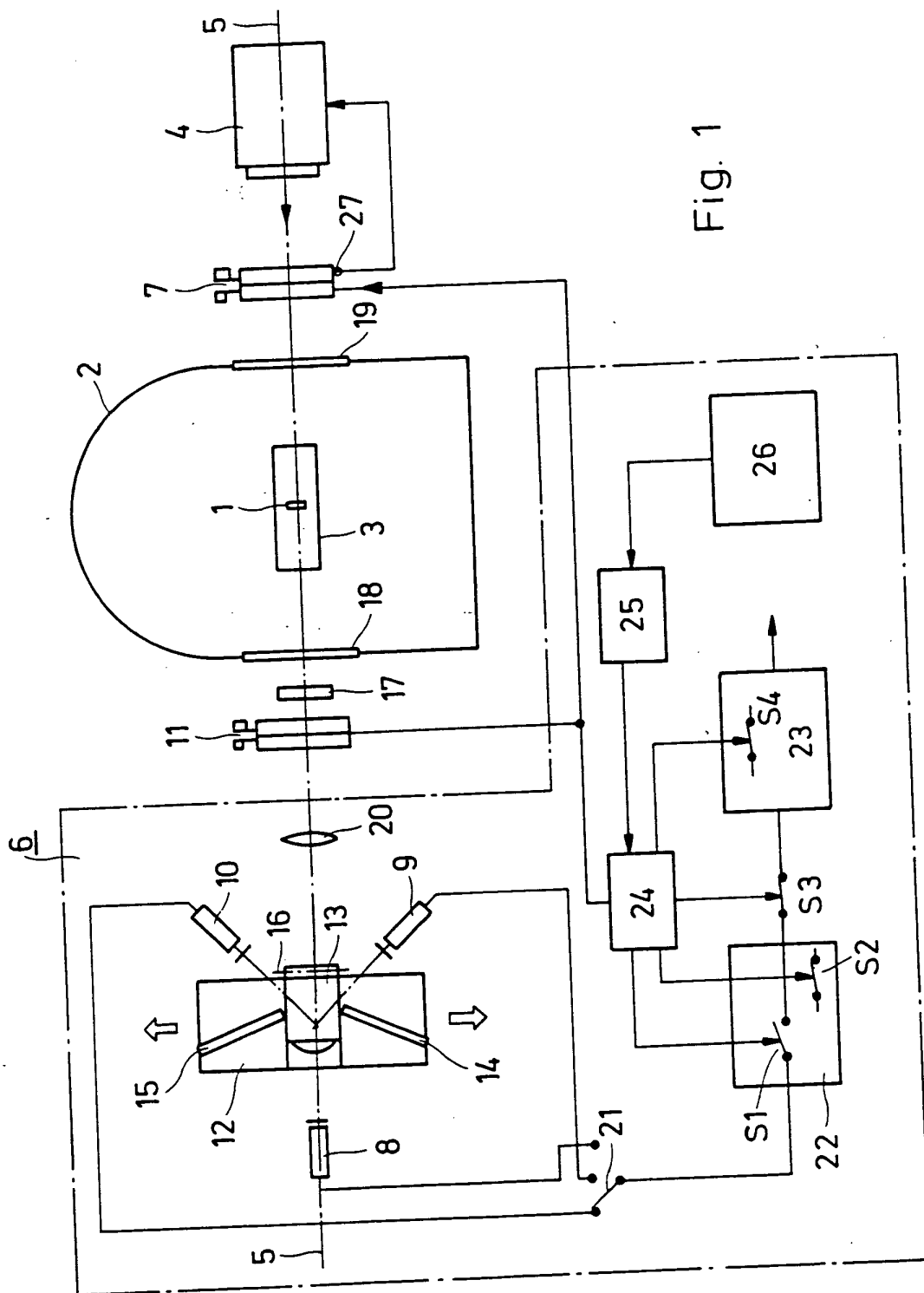


Fig. 1